

Rec'd PCT/PTO 20 MAR 2004

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

#2  
PCT/JPC3/00471  
REC'D 03 MAR 2003 07.02.03  
WIPO PCT  
03 MAR 2003

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出願年月日

Date of Application:

2002年 2月 7日

出願番号

Application Number:

特願2002-030247

[ST.10/C]:

[JP2002-030247]

出願人

Applicant(s):

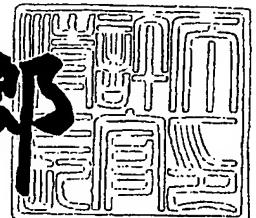
出光興産株式会社

**PRIORITY  
DOCUMENT**  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2003年 1月17日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

太田信一郎



出証番号 出証特2003-3000094

BEST AVAILABLE COPY

【書類名】 特許願

【整理番号】 N01-0050

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 B29D 11/00

【発明の名称】 光学部品成形材料および光学部品

【発明者】

    【住所又は居所】 千葉県袖ヶ浦市上泉 1 2 8 0 番地

    【氏名】 田村 裕之

【発明者】

    【住所又は居所】 千葉県袖ヶ浦市上泉 1 2 8 0 番地

    【氏名】 森下 浩延

【発明者】

    【住所又は居所】 千葉県袖ヶ浦市上泉 1 2 8 0 番地

    【氏名】 坂元 秀治

【特許出願人】

    【識別番号】 000183646

    【氏名又は名称】 出光興産株式会社

【代理人】

    【識別番号】 100089185

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 片岡 誠

【手数料の表示】

    【予納台帳番号】 032517

    【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

    【物件名】 明細書 1

    【物件名】 要約書 1

    【包括委任状番号】 0105413

【プルーフの要否】 要

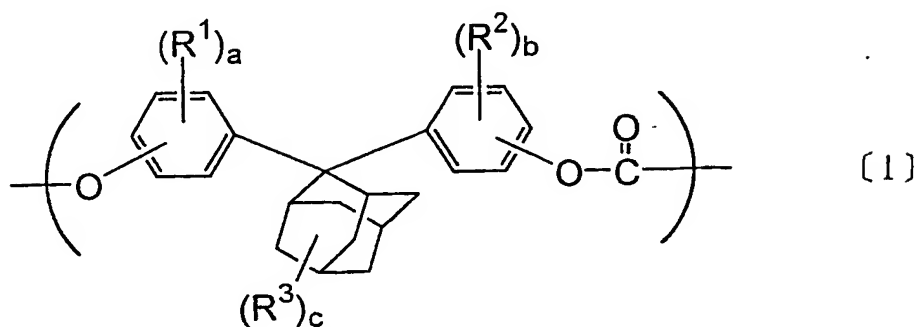
【書類名】 明細書

【発明の名称】 光学部品成形材料および光学部品

【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記一般式〔1〕

【化1】

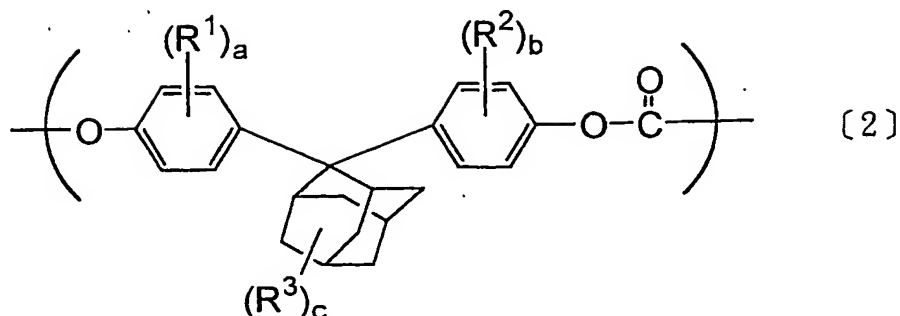


〔式〔1〕中の $R^1$ 、 $R^2$ は、各々独立にハロゲン原子、炭素数1～6のアルキル基、炭素数1～6のアルコキシ基、炭素数6～12のアリール基、炭素数7～13のアリール置換アルケニル基および炭素数1～6のフルオロアルキル基の群から選ばれる基を示し、 $R^3$ はハロゲン原子、炭素数1～12のアルキル基、炭素数1～12のアルコキシ基、炭素数6～12のアリール基、炭素数7～13のアリール置換アルケニル基および炭素数1～12のフルオロアルキル基の群から選ばれる基を示し、 $a$ 、 $b$ は0～4の整数、 $c$ は0～14の整数を示す。〕で表される繰返し単位からなり、かつ塩化メチレンを溶媒とする濃度0.5g/デシリットルの溶液の20℃で測定した還元粘度 $[\eta_{sp}/c]$ が、0.1デシリットル/g以上である芳香族ポリカーボネート樹脂からなる光学部品成形材料。

【請求項2】 一般式〔1〕における $R^1$ 、 $R^2$ が炭素数1～6のアルキル基である請求項1に記載の光学部品成形材料。

【請求項3】 繰返し単位が、下記一般式〔2〕

【化2】

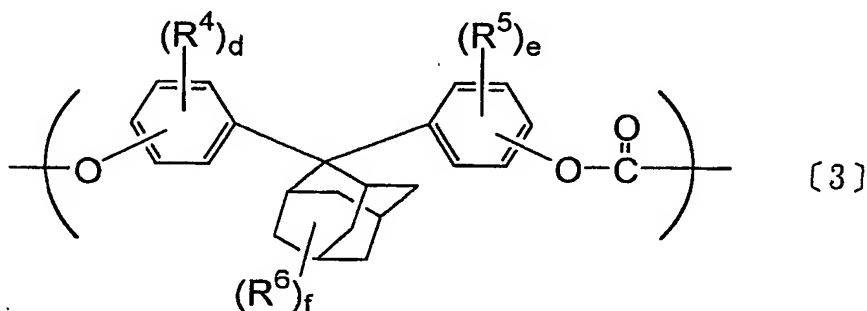


〔式〔2〕中の $R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$ 、 $a$ 、 $b$ および $c$ は、それぞれ一般式〔1〕における $R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$ 、 $a$ 、 $b$ および $c$ と同一の意味を有する。〕で表されるものである請求項1または2に記載の芳香族ポリカーボネート樹脂からなる光学部品成形材料。

【請求項4】 一般式〔2〕における $R^1$ 、 $R^2$ が炭素数1～6のアルキル基である請求項3に記載の光学部品成形材料。

【請求項5】 下記一般式〔3〕

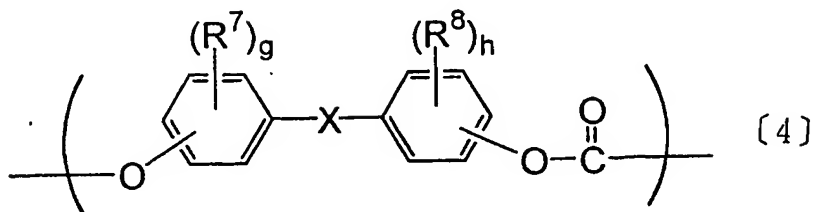
【化3】



〔式〔1〕中の $R^4$ 、 $R^5$ は、各々独立にハロゲン原子、炭素数1～6のアルキル基、炭素数1～6のアルコキシ基、炭素数6～12のアリール基、炭素数7～13のアリール置換アルケニル基および炭素数1～6のフルオロアルキル基の群から選ばれる基を示し、 $R^6$ はハロゲン原子、炭素数1～12のアルキル基、炭素数1～12のアルコキシ基、炭素数6～12のアリール基、炭素数7～13のアリール置換アルケニル基および炭素数1～12のフルオロアルキル基の群から

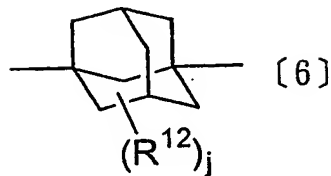
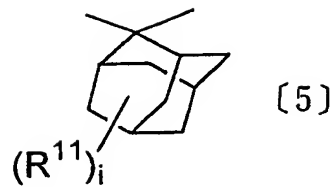
選ばれる基を示し、 $d$ 、 $e$  は 0～4 の整数、 $f$  は 0～14 の整数を示す。) で表される繰返し単位 (1) と、下記一般式 [4]

【化 4】



〔式 [4] 中、 $\text{R}^7$ 、 $\text{R}^8$  は、各々独立にハロゲン原子、炭素数 1～12 のアルキル基、炭素数 1～12 のアルコキシ基、炭素数 6～12 のアリール基、炭素数 7～13 のアリール置換アルケニル基および炭素数 1～12 のフルオロアルキル基の群から選ばれる基を示し、 $\text{X}$  は単結合、 $-\text{O}-$ 、 $-\text{CO}-$ 、 $-\text{S}-$ 、 $-\text{SO}-$ 、 $-\text{SO}_2-$ 、 $-\text{C}(\text{R}^9\text{R}^{10})-$  (ただし、 $\text{R}^9$ 、 $\text{R}^{10}$  は各々独立に水素原子、炭素数 1～6 のアルキル基、フェニル基またはトリフルオロメチル基を示す)、炭素数 6～12 の置換もしくは無置換のシクロアルキリデン基、9, 9'-フルオレニリデン基、1, 8-メンタンジイル基、2, 8-メンタンジイル基、置換もしくは無置換のピラジリデン基、炭素数 6～12 の置換もしくは無置換のアリーレン基、 $-\text{C}(\text{CH}_3)_2-\text{ph}-\text{C}(\text{CH}_3)_2-$  (ただし、 $\text{ph}$  はフェニレン基を示す) または下記式 [5] または [6]

【化5】

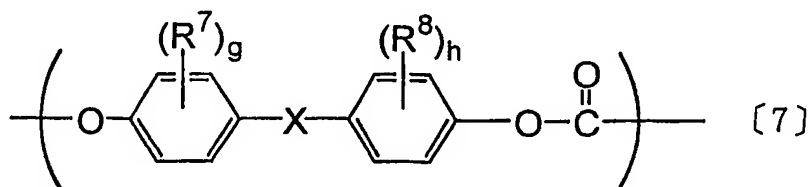


(式〔5〕、〔6〕中の $R^{11}$ 、 $R^{12}$ は、それぞれハロゲン原子、炭素数1～12のアルキル基、炭素数1～12のアルコキシ基、炭素数6～12のアリール基、炭素数7～13のアリール置換アルケニル基および炭素数1～12のフルオロアルキル基の群から選ばれる基を示し、 $i$ 、 $j$ はそれぞれ0～14の整数を示す。)  
 )を示し、 $g$ 、 $h$ はそれぞれ0～4の整数を示す。〕で表される繰返し単位(2)からなり、かつ塩化メチレンを溶媒とする濃度0.5g/デシリットルの溶液の20℃で測定した還元粘度 $[\eta_{sp}/c]$ が、0.1デシリットル/g以上である芳香族ポリカーボネート樹脂からなる光学部品成形材料。

【請求項6】 一般式〔3〕における $R^4$ 、 $R^5$ が炭素数1～6のアルキル基である請求項5に記載の光学部品成形材料。

【請求項7】 繰返し単位(2)が、下記一般式〔7〕

【化6】



〔式〔6〕中の $R^7$ 、 $R^8$ 、 $X$ 、 $g$ および $h$ は、それぞれ一般式〔4〕における

$R^7$ 、 $R^8$ 、X、gおよびhと同一の意味を有する。]で表されるものである請求項5または6に記載の光学部品成形材料。

【請求項8】 一般式〔4〕におけるXが、 $-C(R^9 R^{10})-$ （ただし、 $R^9$ 、 $R^{10}$ は各々独立に水素原子、炭素数1～6のアルキル基、フェニル基またはトリフルオロメチル基を示す）、炭素数6～12の置換もしくは無置換のシクロアルキリデン基または9，9'-フルオレニリデン基である請求項5～7のいずれかに記載の光学部品成形材料。

【請求項9】 請求項1～8のいずれかに記載の光学部品成形材料を成形してなる光学部品。

#### 【発明の詳細な説明】

##### 【0001】

##### 【発明の属する技術分野】

本発明は、光学部品成形材料および光学部品に関する。さらに詳しくは、デジタルオーディオディスク、デジタルビデオディスク、光メモリディスクなどの光ディスク基板、光ピックアップ用レンズ、眼鏡レンズ、コンタクトレンズ、レンズシートなどの各種レンズ、プリズム、鏡、光ファイバー、液晶ディスプレイや携帯用キーシートなどの光学用シート基板、導光体、反射フィルム、光拡散シート、偏光板、位相差板などの光学機能素子の成形素材に適した光学部品成形材料と、それを成形してなる光学部品に関する。

##### 【0002】

##### 【従来の技術】

光学部品成形材料として、種々のプラスチックが提案されている。この光学部品成形材料に要求される特性としては、耐熱性、耐衝撃性、機械的強度、光学的性質があり、これらの要求特性を満たす材料として、従来よりポリメチルメタクリレート、2，2-ビス（4-ヒドロキシフェニル）プロパンを原料とするポリカーボネート、ポリアリレート、ポリエーテルスルホンなどのエンジニアリングプラスチックが用いられてきた。

##### 【0003】

ところで、これら数多くの光学部品の中では、高い透明性を有し、かつ極めて

高い耐熱性を必要とするものがある。例えば、液晶ディスプレイ基板では、ガラス基板上に各画素毎に薄膜トランジスターをスイッチング素子としてマトリックス状に配列して駆動させるアクティブマトリックス方式のものが多く採用されている。そして、この液晶ディスプレイの製造工程においては、基板上に薄膜トランジスターを形成するに際して、グロー放電蒸着法により窒化シリコンなどの電気絶縁層を形成する必要がある。したがって、この液晶ディスプレイの基板がガラスであることから、落下などの外部からの衝撃に対して破損しやすく、このため、耐衝撃性に優れたエンジニアリングプラスチックの基板を用いることが望まれる。しかしながら、これらエンジニアリングプラスチックにおいては、例えばポリメチルメタクリレートでは耐熱性や耐衝撃性が充分でなく、ポリカーボネートやポリアリレートでは電気絶縁層を形成時の耐熱性が充分とはいえない。さらに、ポリエーテルスルホンも耐熱性は高いが琥珀色をしており、わずかな分子配向によっても光学的異方性を生じやすいという難点がある。

そこで、これら光学部品用の成形材料として、光学的特性のほか、高い耐熱性、機械的強度に優れた光学部品成形材料の開発が要望されている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、光学的特性と特に高い耐熱性、機械的強度に優れた光学部品成形材料とそれを成形してなる光学部品を提供することを目的とするものである。

【0005】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、前記課題を解決するために鋭意研究を重ねた結果、光学部品成形材料として2, 2-アダマンチル基を含む特定のアダマンタン骨格を持つ繰返し単位を有する芳香族ポリカーボネート系樹脂を用いることにより、上記目的を達成することができることを見出し、これら知見に基づいて本発明を完成するに至った。

【0006】

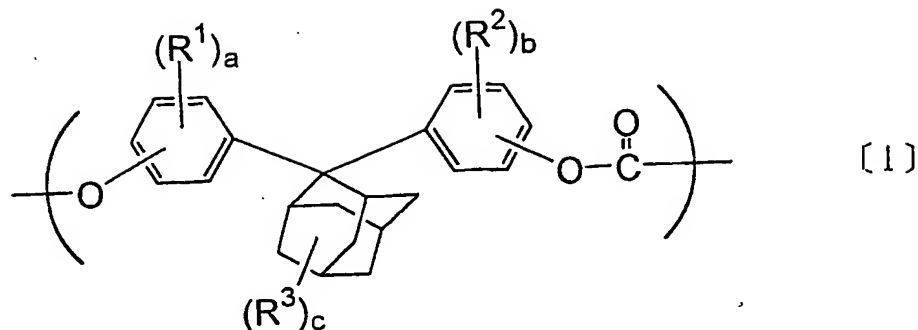
すなわち、本発明の要旨は、下記のとおりである。

(1) 下記一般式〔1〕



【0007】

【化7】



【0008】

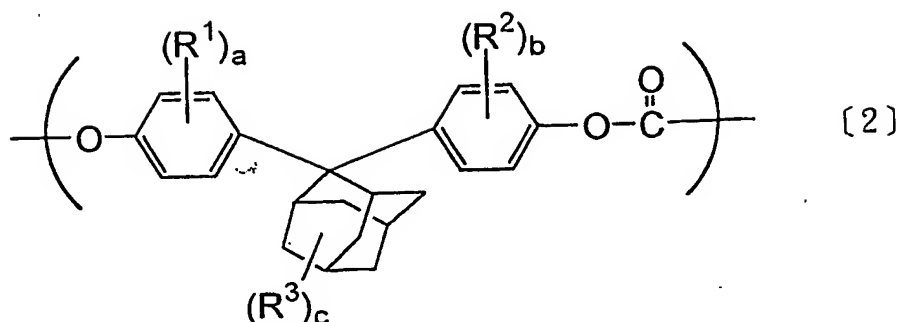
〔式〔1〕中の $R^1$ 、 $R^2$ は、各々独立にハロゲン原子、炭素数1～6のアルキル基、炭素数1～6のアルコキシ基、炭素数6～12のアリール基、炭素数7～13のアリール置換アルケニル基および炭素数1～6のフルオロアルキル基の群から選ばれる基を示し、 $R^3$ はハロゲン原子、炭素数1～12のアルキル基、炭素数1～12のアルコキシ基、炭素数6～12のアリール基、炭素数7～13のアリール置換アルケニル基および炭素数1～12のフルオロアルキル基の群から選ばれる基を示し、 $a$ 、 $b$ は0～4の整数、 $c$ は0～14の整数を示す。〕で表される繰返し単位からなり、かつ塩化メチレンを溶媒とする濃度0.5g/デシリットルの溶液の20℃で測定した還元粘度 $[\eta_{sp}/c]$ が、0.1デシリットル/g以上である芳香族ポリカーボネート樹脂からなる光学部品成形材料。

(2) 一般式〔1〕における $R^1$ 、 $R^2$ が炭素数1～6のアルキル基である前記(1)に記載の光学部品成形材料。

(3) 繰返し単位が、下記一般式〔2〕

【0009】

【化8】



【0010】

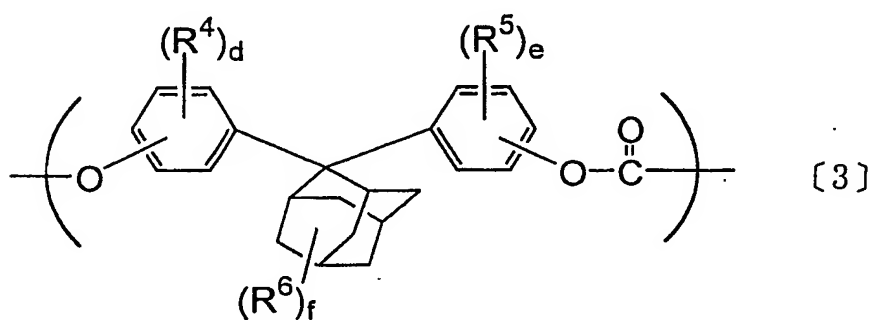
〔式〔2〕中の $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 、 $\text{R}^3$ 、 $a$ 、 $b$ および $c$ は、それぞれ一般式〔1〕における $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 、 $\text{R}^3$ 、 $a$ 、 $b$ および $c$ と同一の意味を有する。〕で表されるものである前記（1）または（2）に記載の芳香族ポリカーボネート樹脂からなる光学部品成形材料。

（4） 一般式〔2〕における $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ が炭素数1～6のアルキル基である前記（3）に記載の光学部品成形材料。

（5） 下記一般式〔3〕

【0011】

【化9】



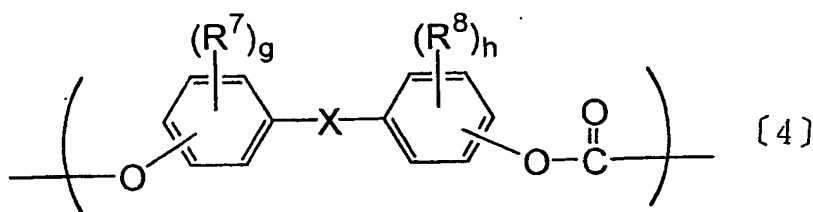
【0012】

〔式〔1〕中の $\text{R}^4$ 、 $\text{R}^5$ は、各々独立にハロゲン原子、炭素数1～6のアルキル基、炭素数1～6のアルコキシ基、炭素数6～12のアリール基、炭素数7～13のアリール置換アルケニル基および炭素数1～6のフルオロアルキル基の群

から選ばれる基を示し、 $R^6$  はハロゲン原子、炭素数1～12のアルキル基、炭素数1～12のアルコキシ基、炭素数6～12のアリール基、炭素数7～13のアリール置換アルケニル基および炭素数1～12のフルオロアルキル基の群から選ばれる基を示し、 $d$ 、 $e$  は0～4の整数、 $f$  は0～14の整数を示す。] で表される繰返し単位(1)と、下記一般式〔4〕

【0013】

【化10】

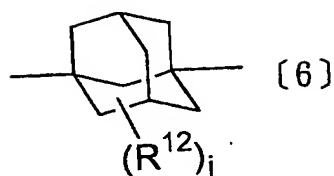


【0014】

〔式〔4〕中、 $R^7$ 、 $R^8$  は、各々独立にハロゲン原子、炭素数1～12のアルキル基、炭素数1～12のアルコキシ基、炭素数6～12のアリール基、炭素数7～13のアリール置換アルケニル基および炭素数1～12のフルオロアルキル基の群から選ばれる基を示し、 $X$ は単結合、 $-O-$ 、 $-CO-$ 、 $-S-$ 、 $-SO-$ 、 $-SO_2-$ 、 $-C(R^9 R^{10})-$ （ただし、 $R^9$ 、 $R^{10}$ は各々独立に水素原子、炭素数1～6のアルキル基、フェニル基またはトリフルオロメチル基を示す）、炭素数6～12の置換もしくは無置換のシクロアルキリデン基、9，9'-フルオレニリデン基、1，8-メンタンジイル基、2，8-メンタンジイル基、置換もしくは無置換のピラジリデン基、炭素数6～12の置換もしくは無置換のアリーレン基、 $-C(CH_3)_2-ph-C(CH_3)_2-$ （ただし、 $ph$ はフェニレン基を示す）または下記式〔5〕または〔6〕

【0015】

【化 11】



【0016】

(式 [5]、[6] 中の  $R^{11}$ 、 $R^{12}$  は、それぞれハロゲン原子、炭素数 1～12 のアルキル基、炭素数 1～12 のアルコキシ基、炭素数 6～12 のアリール基、炭素数 7～13 のアリール置換アルケニル基および炭素数 1～12 のフルオロアルキル基の群から選ばれる基を示し、 $i$ 、 $j$  はそれぞれ 0～14 の整数を示す。)

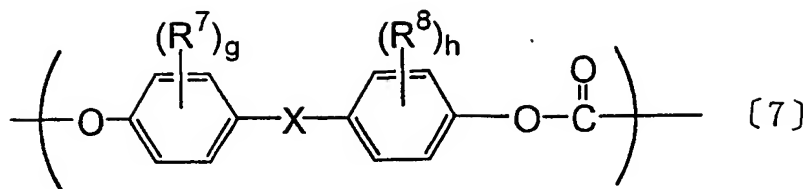
を示し、 $g$ 、 $h$  はそれぞれ 0～4 の整数を示す。] で表される繰返し単位 (2) からなり、かつ塩化メチレンを溶媒とする濃度 0.5 g/デシリットルの溶液の 20℃ で測定した還元粘度  $[\eta_{sp}/c]$  が、0.1 デシリットル/g 以上である芳香族ポリカーボネート樹脂からなる光学部品成形材料。

(6) 一般式 [3] における  $R^4$ 、 $R^5$  が炭素数 1～6 のアルキル基である前記 (5) に記載の光学部品成形材料。

(7) 繰返し単位 (2) が、下記一般式 [7]

【0017】

【化 12】



【0018】

〔式〔6〕中の $\text{R}^7$ 、 $\text{R}^8$ 、 $\text{X}$ 、 $g$ および $h$ は、それぞれ一般式〔4〕における $\text{R}^7$ 、 $\text{R}^8$ 、 $\text{X}$ 、 $g$ および $h$ と同一の意味を有する。〕で表されるものである前記（5）または（6）に記載の光学部品成形材料。

（8） 一般式〔4〕における $\text{X}$ が、 $-\text{C}(\text{R}^9 \text{R}^{10})-$ （ただし、 $\text{R}^9$ 、 $\text{R}^{10}$ は各々独立に水素原子、炭素数1～6のアルキル基、フェニル基またはトリフルオロメチル基を示す）、炭素数6～12の置換もしくは無置換のシクロアルキリデン基または9，9'-フルオレニリデン基である前記（5）～（7）のいずれかに記載の光学部品成形材料。

（9） 前記（1）～（8）のいずれかに記載の光学部品成形材料を成形してなる光学部品。

【0019】

【発明の実施の形態】

本発明の光学部品成形材料は、前記一般式〔1〕あるいは前記一般式〔2〕で表される繰返し単位からなり、かつ塩化メチレンを溶媒とする濃度0.5g/デシリットルの溶液の20℃で測定した還元粘度 $[\eta_{\text{SP}}/c]$ が、0.1デシリットル/g以上の芳香族ポリカーボネート樹脂、または前記一般式〔3〕で表される繰返し単位（1）と、一般式〔4〕あるいは一般式〔7〕で表される繰返し単位（2）からなり、かつ塩化メチレンを溶媒とする濃度0.5g/デシリットルの溶液の20℃で測定した還元粘度 $[\eta_{\text{SP}}/c]$ が、0.1デシリットル/g以上の芳香族ポリカーボネート樹脂からなるものである。

【0020】

そして、この芳香族ポリカーボネート樹脂の構成単位である前記一般式〔1〕あるいは前記一般式〔2〕において、 $R^1$ 、 $R^2$  が表わすハロゲン原子としては、フッ素原子、塩素原子、臭素原子または沃素原子が挙げられる。また、この $R^1$ 、 $R^2$  が表わす炭素数1～6のアルキル基としては、メチル基、エチル基、*n*-プロピル基、*i*-プロピル基、*n*-ブチル基、*i*-ブチル基、*sec*-ブチル基、*tert*-ブチル基、*n*-ペンチル基、*n*-ヘキシル基、シクロペンチル基、シクロヘキシル基などが挙げられる。また、炭素数1～6のアルコキシ基としては、メトキシ基、エトキシ基、*n*-プロポキシ基、*i*-プロポキシ基、*n*-ブトキシ基、*i*-ブトキシ基、*sec*-ブトキシ基、*tert*-ブトキシ基、*n*-ペンチルオキシ基、*n*-ヘキシルオキシ基などが挙げられる。また、炭素数6～12のアリール基としては、フェニル基、ビフェニル基、ナフチル基が挙げられ、炭素数7～13のアリール置換アルケニル基としては、ベンジル基、フェネチル基、スチリル基、シンナミル基などが挙げられる。さらに、炭素数1～12のフルオロアルキル基としては、モノフルオロメチル基、ジフルオロメチル基、トリフルオロメチル基などが挙げられる。そして、*a* および *b* は0すなわち水素原子のみでもよいし、1～4の置換基を有するものでもよいが、1～2であるものが好ましい。

#### 【0021】

さらに、この一般式〔1〕あるいは一般式〔2〕における $R^1$ 、 $R^2$  が炭素数1～6のアルキル基である芳香族ポリカーボネート樹脂は、耐熱性に優れていることから光学部品の成形材料として好ましいものである。この炭素数1～6のアルキル基の中でもメチル基がより好ましい。

また、前記一般式〔1〕において、 $R^3$  が表わすハロゲン原子としては、上記 $R^1$ 、 $R^2$  におけるものと同様のものが挙げられる。そして、この $R^3$  が表わす炭素数1～12のアルキル基としては、メチル基、エチル基、*n*-プロピル基、*i*-プロピル基、*n*-ブチル基、*i*-ブチル基、*sec*-ブチル基、*tert*-ブチル基、*n*-ペンチル基、*n*-ヘキシル基、*n*-ヘプチル基、*n*-オクチル基、*n*-ノニル基、*n*-デシル基、*n*-ウンデシル基、*n*-ドデシル基、シクロペンチル基、シクロヘキシル基などが挙げられる。また、炭素数1～12のアルコ

キシ基としては、メトキシ基、エトキシ基、*n*-プロポキシ基、*i*-プロポキシ基、*n*-ブトキシ基、*i*-ブトキシ基、*sec*-ブトキシ基、*tert*-ブトキシ基、*n*-ペンチルオキシ基、*n*-ヘキシルオキシ基、*n*-ヘプチルオキシ基、*n*-オクチルオキシ基、*n*-ノニルオキシ基、*n*-デシルオキシ基、*n*-ウンデシルオキシ基、*n*-ドデシルオキシ基などが挙げられる。また、炭素数6～12のアリール基としては、フェニル基、ビフェニル基、ナフチル基などが挙げられ、炭素数7～13のアリール置換アルケニル基としては、ベンジル基、フェネチル基、スチリル基、シンナミル基などが挙げられる。さらに、炭素数1～12のフルオロアルキル基としては、モノフルオロメチル基、ジフルオロメチル基、トリフルオロメチル基などが挙げられる。これら各種の置換基の中でも、メチル基、エチル基、メトキシ基、エトキシ基、フェニル基、トリフルオロメチル基が特に好ましい。そして、*c*は0すなわち水素原子のみでもよいし、1～14の置換基を有しているものであってもよい。

#### 【0022】

そして、一般式〔3〕において $R^4$ 、 $R^5$ 、 $R^6$ が表わすハロゲン原子、アルキル基、アルコキシ基、アリール基、アリール置換アルケニル基、フルオロアルキル基としては、それぞれ上記の $R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$ が表わす原子や基と同様なものが挙げられる。

また、一般式〔4〕における $R^7$ 、 $R^8$ が表わすハロゲン原子、アルキル基、アルコキシ基、アリール基、アリール置換アルケニル基、フルオロアルキル基としては、それぞれ上記の $R^3$ が表わす原子や基と同様なものが挙げられる。そして、この一般式〔4〕におけるXとしては、単結合、 $-O-$ 、 $-CO-$ 、 $-S-$ 、 $-SO-$ 、 $-SO_2-$ 、 $-C(R^9R^{10})-$ （ただし、 $R^9$ 、 $R^{10}$ は各々独立に水素原子、炭素数1～6のアルキル基、フェニル基またはトリフルオロメチル基を示す）、炭素数6～12の置換もしくは無置換のシクロアルキリデン基、9，9'-フルオレニリデン基、1，8-メンタンジイル基、2，8-メンタンジイル基、置換もしくは無置換のピラジリデン基、炭素数6～12の置換もしくは無置換のアリーレン基、 $-C(CH_3)_2-ph-C(CH_3)_2-$ （ただし、*ph*はフェニレン基を示す）、一般式〔5〕または一般式〔6〕で表される置換

もしくは無置換のアダマンチル基が挙げられる。そして、これら一般式〔5〕および一般式〔6〕における $R^{11}$ 、 $R^{12}$ が表わすハロゲン原子、アルキル基、アルコキシ基、アリール基、アリール置換アルケニル基、フルオロアルキル基としては、それぞれ上記の $R^3$ が表わす原子や基と同様なものが挙げられる。さらに、 $i$ 、 $j$ は0でもよいし、1～14の置換基を有していてもよい。

#### 【0023】

ここで、これら $R^9$ 、 $R^{10}$ が表わす炭素数1～6のアルキル基は、上記 $R^1$ 、 $R^2$ におけるものと同様なものが挙げられる。さらに、この $X$ が表わす炭素数6～12の置換もしくは無置換のシクロアルキリデン基としては、シクロペンチリデン基、シクロヘキシリデン基、シクロヘプチリデン基、シクロオクチリデン基などが挙げられ、炭素数6～12の置換もしくは無置換のアリーレン基としては、フェニレン基、ビフェニレン基、ナフチレン基、1,4-フェニレンビス(1-メチルエチリデン)基、1,3-フェニレンビス(1-メチルエチリデン)基などが挙げられる。そして、この一般式〔4〕における $g$ 、 $h$ は、0であってもよいし、1～4の置換基を有するものであってもよい。

#### 【0024】

さらに、この一般式〔4〕における $X$ は、 $-C(R^9 R^{10})-$ (ただし、 $R^9$ 、 $R^{10}$ は各々独立に水素原子、炭素数1～6のアルキル基、フェニル基またはトリフルオロメチル基を示す)、炭素数6～12の置換もしくは無置換のシクロアルキリデン基、9,9'-フルオレニリデン基であるものが、光学的性質や耐熱性、機械的強度に優れていることから好ましい。

#### 【0025】

そして、この芳香族ポリカーボネート樹脂としては、その繰返し単位(2)が、一般式〔7〕で表される構造単位を有するものが、耐熱性や機械的強度などにも優れることから好ましい。

また、この芳香族ポリカーボネート樹脂を構成する繰返し単位(1)と繰返し単位(2)との含有割合については、特に制約はないが、この繰返し単位(1)の全繰返し単位に対する含有割合〔(1) / ((1) + (2))〕が、モル比において0.05～0.99の範囲内にあるものが好ましい。それは、この繰返し



単位（１）のモル比が０．０５よりも低い場合には、成形加工性は良好であるが、耐熱性の向上の度合いが小さいことがあり、また、このモル比が０．９９よりも高いものでは、格段に優れた耐熱性を示すが、成形加工性が低下することがあるからである。この共重合型の芳香族ポリカーボネート樹脂の場合には、この繰返し単位（１）の全繰返し単位に対するモル比が、０．０５～０．９５であるものが耐熱性や機械的強度と成形性のバランスが良好で特に好ましい。

## 【００２６】

そして、本発明の光学部品成形材料に用いる芳香族ポリカーボネート樹脂は、塩化メチレンを溶媒とする濃度０．５ｇ／デシリットルの溶液の２０℃で測定した還元粘度〔 $\eta_{sp}/c$ 〕が、０．１デシリットル／ｇ以上のものである。この還元粘度が、０．１デシリットル／ｇ未満であると、芳香族ポリカーボネート樹脂の耐熱性や機械的強度が十分に得られず、光学部品の成形材料としての要求特性を十分に満足することができないからである。この芳香族ポリカーボネート樹脂の還元粘度は、さらに０．３～３．０デシリットル／ｇであるものが、光学機器部品の成形素材として特に好適である。

## 【００２７】

つぎに、本発明において用いる芳香族ポリカーボネート樹脂は、２，２－ビス（ヒドロキシフェニル）アダマンタン化合物を単独で、あるいはこれと二価フェノール類に、炭酸エステル形成性化合物を反応させる方法によって製造することができる。この場合、重合溶媒や酸受容体、末端停止剤、触媒の存在下に界面重合法により行う方法あるいは減圧下にエステル交換反応を行う方法により製造することができる。

## 【００２８】

そして、この芳香族ポリカーボネート樹脂の製造に用いるアダマンタン化合物としては、例えば、２，２－ビス（４－ヒドロキシフェニル）アダマンタン、２，２－ビス（３－ヒドロキシフェニル）アダマンタン、２，２－ビス（３－クロロ－４－ヒドロキシフェニル）アダマンタン、２，２－ビス（３－ブromo－４－ヒドロキシフェニル）アダマンタン、２，２－ビス（３－フルオロ－４－ヒドロキシフェニル）アダマンタン、２，２－ビス（３－メチル－４－ヒドロキシフェ

ニル) アダマンタン、2, 2-ビス (3-エチル-4-ヒドロキシフェニル) ア  
 ダマンタン、2, 2-ビス (3-n-プロピル-4-ヒドロキシフェニル) アダ  
 マンタン、2, 2-ビス (3-i-プロピル-4-ヒドロキシフェニル) アダマ  
 ンタン、2, 2-ビス (3-n-ブチル-4-ヒドロキシフェニル) アダマンタ  
 ン、2, 2-ビス (3-i-ブチル-4-ヒドロキシフェニル) アダマンタン、  
 2, 2-ビス (3-sec-ブチル-4-ヒドロキシフェニル) アダマンタン、  
 2, 2-ビス (3-t-ブチル-4-ヒドロキシフェニル) アダマンタン、2,  
 2-ビス (3-n-ペンチル-4-ヒドロキシフェニル) アダマンタン、2, 2-  
 ビス (3-n-ヘキシル-4-ヒドロキシフェニル) アダマンタン、2, 2-  
 ビス (3-シクロヘキシル-4-ヒドロキシフェニル) アダマンタン、2, 2-  
 ビス (3-メトキシ-4-ヒドロキシフェニル) アダマンタン、2, 2-ビス (3-  
 エトキシ-4-ヒドロキシフェニル) アダマンタン、2, 2-ビス (3-フ  
 ェニル-4-ヒドロキシフェニル) アダマンタン、2, 2-ビス (3-ベンジル  
 -4-ヒドロキシフェニル) アダマンタン、2, 2-ビス (3-ナフチル-4-  
 ヒドロキシフェニル) アダマンタン、2, 2-ビス (3-テトラフルオロメチル  
 -4-ヒドロキシフェニル) アダマンタン、2, 2-ビス (3, 5-ジクロロ-  
 4-ヒドロキシフェニル) アダマンタン、2, 2-ビス (3, 5-ジブromo-4-  
 ヒドロキシフェニル) アダマンタン、2, 2-ビス (3, 5-ジフルオロ-4-  
 ヒドロキシフェニル) アダマンタン、2, 2-ビス (3, 5-ジメチル-4-  
 ヒドロキシフェニル) アダマンタン、2, 2-ビス (3, 5-ジエチル-4-ヒ  
 ドロキシフェニル) アダマンタン、2, 2-ビス (3, 5-ジメトキシ-4-ヒ  
 ドロキシフェニル) アダマンタン、2, 2-ビス (3, 5-ジエトキシ-4-ヒ  
 ドロキシフェニル) アダマンタンなどが挙げられる。これら 2, 2-ビス (ヒド  
 ロキシフェニル) アダマンタン化合物は、2 種以上を併用してもよい。

# 【0029】

また、この芳香族ポリカーボネート樹脂の製造に用いる二価フェノールとして  
 は、例えば、4, 4'-ジヒドロキシビフェニル、3, 3'-ジフルオロ-4,  
 4'-ジヒドロキシビフェニル、3, 3'-ジクロロ-4, 4'-ジヒドロキシ  
 ビフェニル、3, 3'-ジメチル-4, 4'-ジヒドロキシビフェニル、3, 3'-

ジフェニル-4, 4'-ジヒドロキシビフェニル、3, 3'-ジシクロヘキシル-4, 4'-ジヒドロキシビフェニル、2, 2'-ジメチル-4, 4'-ジヒドロキシビフェニル、3, 3', 5, 5'-テトラメチル-4, 4'-ジヒドロキシビフェニルなどの4, 4'-ジヒドロキシビフェニル類；ビス(4-ヒドロキシフェニル)メタン、ビス(4-ヒドロキシフェニル)ジフェニルメタン、ビス(4-ヒドロキシフェニル)フェニルメタン、ビス(3-ノニル-4-ヒドロキシフェニル)メタン、ビス(3, 5-ジメチル-4-ヒドロキシフェニル)メタン、ビス(3, 5-ジブromo-4-ヒドロキシフェニル)メタン、ビス(3-クロロ-4-ヒドロキシフェニル)メタン、ビス(3-フルオロ-4-ヒドロキシフェニル)メタン、ビス(2-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)フェニルメタン、ビス(2-ヒドロキシフェニル)メタン、2-ヒドロキシフェニル-4-ヒドロキシフェニル)メタン、ビス(2-ヒドロキシ-4-メチルフェニル)メタン、ビス(2-ヒドロキシ-4-メチル-6-tert-ブチルフェニル)メタン、ビス(2-ヒドロキシ-4, 6-ジメチルフェニル)メタン、1, 1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)エタン、1, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)エタン、1, 1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)-1-フェニルエタン、1, 1-ビス(4-ヒドロキシ-3-メチルフェニル)-1-フェニルエタン、1, 1-ビス(4-ヒドロキシ-3-フェニルフェニル)-1-フェニルエタン、2-(4-ヒドロキシ-3-メチルフェニル)-2-(4-ヒドロキシフェニル)-1-フェニルエタン、1, 1-ビス(2-tert-ブチル-4-ヒドロキシ-3-メチルフェニル)エタン、1-フェニル-1, 1-ビス(3-フルオロ-4-ヒドロキシフェニル)エタン、1, 1-ビス(2-ヒドロキシ-4-メチルフェニル)エタン、2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン、1, 1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン、2, 2-ビス(2-メチル-4-ヒドロキシフェニル)プロパン、2, 2-ビス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)プロパン、2, 2-ビス(3-イソプロピル-4-ヒドロキシフェニル)プロパン、2, 2-ビス(3-sec-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロパン、2, 2-ビス(3-フェニル-4-ヒドロキシフェニル)プロパン、2, 2-ビス(3-シクロヘキシル-4-ヒドロキシフェニル)プロ

パン、2, 2-ビス(3-クロロ-4-ヒドロキシフェニル)プロパン、2, 2-  
 -ビス(3-フルオロ-4-ヒドロキシフェニル)プロパン、2, 2-ビス(3-  
 -ブロモ-4-ヒドロキシフェニル)プロパン、2, 2-ビス(4-ヒドロキシ-  
 -3, 5-ジメチルフェニル)プロパン、1, 1-ビス(2-tert-ブチル-  
 -4-ヒドロキシ-5-メチルフェニル)プロパン、2, 2-ビス(4-ヒドロ-  
 キシ-3, 5-ジクロロフェニル)プロパン、2, 2-ビス(4-ヒドロキシ-  
 3, 5-ジフルオロフェニル)プロパン、2, 2-ビス(4-ヒドロキシ-3,  
 5-ジブロモフェニル)プロパン、2, 2-ビス(3-ブロモ-4-ヒドロキシ-  
 -5-クロロフェニル)プロパン、2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)-  
 1, 1, 1, 3, 3, 3-ヘキサフルオロプロパン、2, 2-ビス(2-ヒドロ-  
 キシ-4-sec-ブチルフェニル)プロパン、2, 2-ビス(2-ヒドロキシ-  
 -4, 6-ジメチルフェニル)プロパン、2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニ-  
 ル)ブタン、2, 2-(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)ブタン、1, 1-  
 -ビス(4-ヒドロキシフェニル)-2-メチルプロパン、1, 1-ビス(2-  
 tert-ブチル-4-ヒドロキシ-5-メチルフェニル)-2-メチルプロパ-  
 ン、1, 1-ビス(2-ブチル-4-ヒドロキシ-5-メチルフェニル)ブタ-  
 ン、1, 1-ビス(2-tert-ブチル-4-ヒドロキシ-5-メチルフェニル)  
 )ブタン、1, 1-ビス(2-メチル-4-ヒドロキシ-5-tert-ペンチ-  
 ルフェニル)ブタン、2, 2-ビス(4-ヒドロキシ-3, 5-ジクロロフェニ-  
 ル)ブタン、2, 2-ビス(4-ヒドロキシ-3, 5-ジブロモフェニル)ブタ-  
 ン、2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)-3-メチルブタン、1, 1-ビ-  
 ス(4-ヒドロキシフェニル)-3-メチルブタン、3, 3-ビス(4-ヒドロ-  
 キシフェニル)ペンタン、2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)ヘキサン、  
 2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)ヘブタン、2, 2-ビス(2-tert-  
 -ブチル-4-ヒドロキシ-5-メチルフェニル)ヘブタン、2, 2-ビス(  
 4-ヒドロキシフェニル)オクタン、2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)  
 ノナン、2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)デカン、1, 1-ビス(4-  
 ヒドロキシフェニル)シクロペンタン、1, 1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)  
 )シクロヘキサン、1, 1-ビス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)シク

ロヘキサン、1, 1-ビス(4-ヒドロキシ-3, 5-ジメチルフェニル)シクロヘキサン、1, 1-ビス(3-シクロヘキシル-4-ヒドロキシフェニル)シクロヘキサン、1, 1-ビス(3-フェニル-4-ヒドロキシフェニル)シクロヘキサン、1, 1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキサンなどのビス(ヒドロキシフェニル)アルカン類；ビス(4-ヒドロキシフェニル)エーテル、ビス(3-フルオロ-4-ヒドロキシフェニル)エーテルなどのビス(4-ヒドロキシフェニル)エーテル類；ビス(4-ヒドロキシフェニル)スルフィド、ビス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)スルフィドなどのビス(4-ヒドロキシフェニル)スルフィド類；ビス(4-ヒドロキシフェニル)スルホキシド、ビス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)スルホキシドなどのビス(4-ヒドロキシフェニル)スルホキシド類；ビス(4-ヒドロキシフェニル)スルホン、ビス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)スルホン、ビス(3-フェニル-4-ヒドロキシフェニル)スルホンなどのビス(4-ヒドロキシフェニル)スルホン類；4, 4'-ジヒドロキシペンゾフェノンなどのビス(4-ヒドロキシフェニル)ケトン類；9, 9-ビス(4-ヒドロキシフェニル)フルオレン、9, 9-ビス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)フルオレン、9, 9-ビス(3-フェニル-4-ヒドロキシフェニル)フルオレンなどのビス(ヒドロキシフェニル)フルオレン類；4, 4"-ジヒドロキシ-p-ターフェニルなどのジヒドロキシ-p-ターフェニル類；4, 4'-'-ジヒドロキシ-p-クォーターフェニルなどのジヒドロキシ-p-クォーターフェニル類；2, 5-ビス(4-ヒドロキシフェニル)ピラジン、2, 5-ビス(4-ヒドロキシフェニル)-3, 6-ジメチルピラジン、2, 5-ビス(4-ヒドロキシフェニル)-2, 6-ジエチルピラジンなどのビス(ヒドロキシフェニル)ピラジン類；1, 8-ビス(4-ヒドロキシフェニル)メンタン、2, 8-ビス(4-ヒドロキシフェニル)メンタン、1, 8-ビス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)メンタン、1, 8-ビス(4-ヒドロキシ-3, 5-ジメチルフェニル)メンタンなどのビス(ヒドロキシフェニル)メンタン類；1, 4-ビス[2-(4-ヒドロキシフェニル)-2-プロピル]ベ

ンゼン、1, 3-ビス〔2-(4-ヒドロキシフェニル)-2-プロピル〕ベンゼンなどのビス〔2-(4-ヒドロキシフェニル)-2-プロピル〕ベンゼン類；1, 3-ビス(4-ヒドロキシフェニル)アダマンタン、1, 3-ビス(3-クロル-4-ヒドロキシフェニル)アダマンタン、1, 3-ビス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)アダマンタンなどが挙げられる。

#### 【0030】

また、上記炭酸エステル形成性化合物としては、ホスゲンなどの各種ジハロゲン化カルボニルや、クロロホルムなどのハロホルム、炭酸エステル化合物などを用いることができる。ホスゲンなどのガス状の炭酸エステル形成性化合物を使用する場合、これを反応系に吹き込む方法が好適に採用できる。

そして、この反応において用いる溶媒としては、通常芳香族ポリカーボネート樹脂の製造に使用されているものが用いられる。例えば、トルエン、キシレンなどの芳香族炭化水素系溶媒、塩化メチレン、クロロホルム、1, 1-ジクロロエタン、1, 2-ジクロロエタン、1, 1, 1-トリクロロエタン、1, 1, 2-トリクロロエタン、1, 1, 1, 2-テトラクロロエタン、1, 1, 2, 2-テトラクロロエタン、ペンタクロロエタン、クロロベンゼンなどのハロゲン化炭化水素、アセトフェノンなどが好適なものとして挙げられる。これら溶媒は、1種単独で用いても、2種以上を組み合わせ用いてもよい。さらに、互いに混ざり合わない2種の溶媒を用いてもよい。

#### 【0031】

また、酸受容体としては、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化リチウム、水酸化セシウムなどのアルカリ金属水酸化物や、炭酸ナトリウム、炭酸カリウムなどのアルカリ金属炭酸塩、ピリジンなどの有機塩基、あるいはこれらの混合物を用いることができる。これら酸受容体の使用割合は、この反応の化学量論比(当量)を考慮して、例えば原料の二価フェノールの水酸基1モル当たり、1当量もしくはそれより若干過剰量、好ましくは1～5当量の酸受容体を使用すればよい。

#### 【0032】

さらに、末端停止剤としては、一価のフェノール類を用いることができる。例

例えば、p-tert-ブチルフェノール、p-フェニルフェノール、p-クミルフェノール、p-パーフルオロノニルフェノール、p-(パーフルオロノニルフェニル)フェノール、p-tert-パーフルオロブチルフェノール、1-(p-ヒドロキシベンジル)パーフルオロデカンなどが用いられる。

#### 【0033】

そして、触媒としては、トリエチルアミンなどの第三級アミン類や第四級アンモニウム塩が好適に用いられる。さらに、この反応系には、亜硫酸ナトリウムやヒドロサルファイドなどの酸化防止剤を少量添加して反応を行う方法を採用してもよい。

つぎに、界面重合法による場合の反応条件は、反応温度は、通常0～150℃、好ましくは5～40℃であり、反応圧力は減圧、常圧、加圧のいずれでもよいが、常圧もしくは反応系の自圧程度の加圧下に行うのが好ましい。反応時間については、反応温度により左右されるが、0.5分間～10時間、好ましくは1分間～2時間程度である。また、この反応は、連続法、半連続法、回分法のいずれの反応方式で実施してもよい。

#### 【0034】

また、エステル交換反応による場合には、減圧下に、120～350℃において反応させる。この場合、減圧度を反応の進行にそって段階的に強化し、最終的には1 torr以下まで減圧して、生成するフェノール類を反応系外に抜き出すようにする。反応時間は、1～4時間とすればよく、必要に応じて触媒や酸化防止剤を添加してもよい。

#### 【0035】

このようにして得られる芳香族ポリカーボネート樹脂からなる光学部品成形材料は、公知のビスフェノールAを原料とする芳香族ポリカーボネート樹脂などの熱可塑性樹脂と同様の成形加工法、例えば押出成形法、射出成形法、ブロー成形法、圧縮成形法あるいは溶液からのキャストイング成形法により成形加工をすることができる。また、成形加工に際して用いる各種の添加剤、例えば、熱安定剤、酸化防止剤、光安定剤、着色剤、帯電防止剤、滑剤、可塑剤、離型剤などを適量配合することができる。

## 【 0 0 3 6 】

本発明の光学部品成形材料は、優れた透明性を有し、さらに耐熱性や機械的強度や寸法安定性に優れていることから、デジタルオーディオディスク、デジタルビデオディスク、光メモリディスクなどの光ディスク基板、光ピックアップ用レンズ、眼鏡レンズ、コンタクトレンズ、レンズシートなどの各種レンズ、プリズム、鏡、光ファイバー、液晶ディスプレイや携帯用キーシートなどの光学用シート基板、導光体、反射フィルム、光拡散シート、偏光板、位相差板などの光学機能素子の成形素材として有用性の高いものである。

## 【 0 0 3 7 】

## 【実施例】

つぎに、実施例および比較例により、本発明をさらに具体的に説明する。

## 〔実施例 1〕

## (1) 光学部品成形材料の製造

2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)アダマンタン45gと、1, 1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)シクロヘキサン25gを2規定濃度の水酸化カリウム水溶液1, 360ミリリットルに溶解した溶液に、溶媒の塩化メチレン700ミリリットルを加えて攪拌しながら、冷却下に、この液中にホスゲンガスを950ミリリットル/分の割合で30分間吹き込んだ。ついで、この反応液を静置分離し、有機層に重合度が2~5であり、分子末端にクロロホーメート基を有するオリゴマーの塩化メチレン溶液を得た。

## 【 0 0 3 8 】

そして、得られた塩化メチレン溶液110ミリリットルに塩化メチレンを加えて全量を150ミリリットルとした後、これに、1, 1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)シクロヘキサン5gを2規定濃度の水酸化カリウム水溶液50ミリリットルに溶解した溶液を加え、さらに分子量調節剤としてp-e-r-t-ブチルフェノール0.2gを加えた。ついで、この混合液を激しく攪拌しながら、触媒として7%濃度のトリエチルアミン水溶液1.0ミリリットルを加え、攪拌下に、25℃で1.5時間反応させた。

## 【 0 0 3 9 】



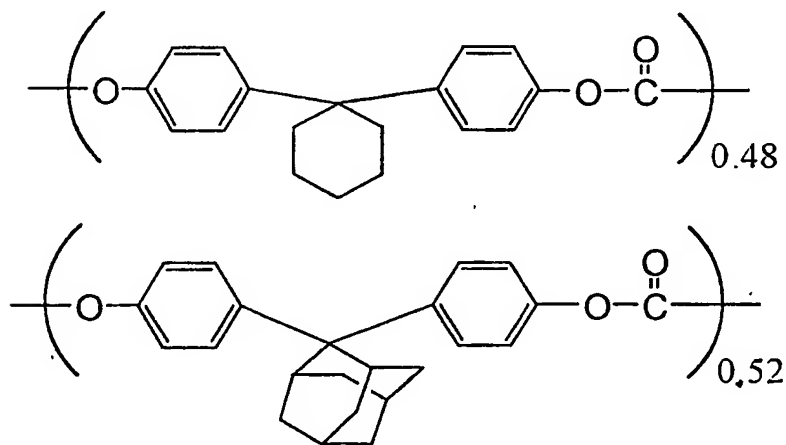
反応終了後、得られた反応生成物を塩化メチレン1リットルによって希釈し、水1.5リットルで2回洗浄した。ついで、0.05規定濃度の塩酸により洗浄した後、さらに水1リットルで2回洗浄した。そして、得られた有機相をメタノール中に投入して再沈精製することにより、芳香族ポリカーボネート樹脂の粉末を得た。

【0040】

ここで得られた芳香族ポリカーボネート樹脂は、塩化メチレンを溶媒とする濃度0.5g/リットルの溶液の20℃における還元粘度 $[\eta_{SP}/c]$ が0.6デシリットル/gであった。また、この芳香族ポリカーボネート樹脂について $^1\text{H}$ -NMRスペクトル分析による構造確認の結果、その化学構造は下記の繰返し単位からなるものであると認められた。

【0041】

【化13】



【0042】

## (2) 光学部品成形材料の評価

上記(1)において得られた芳香族ポリカーボネート樹脂を塩化メチレンに溶解して製造した濃度20質量%の溶液を、ガラス基板上にキャストし、室温において半日以上放置した後、ガラス基板上に形成されたフィルムをガラス基板から剥離した。そして、このフィルムを減圧乾燥器中で、70℃において24時間、ついで100℃において12時間加熱することにより、厚さ0.1mmの透明な

フィルムを得た。

【 0 0 4 3 】

( 2 - 1 ) 耐熱性

上記で得られた芳香族ポリカーボネート樹脂フィルムにつき、セイコー電子社製 ; D S C 2 2 0 を用いて、2 5 ℃ から 3 5 0 ℃ まで窒素気流 ( 2 0 ミリリットル / 分 ) 下に、昇温速度を 1 0 ℃ / 分として加熱した後、直ちに急冷して試料の熱履歴を除去し、さらに同一の昇温速度において J I S K 7 1 2 1 に準拠してガラス転移温度を測定した。この結果、この芳香族ポリカーボネート樹脂のガラス転移温度は 2 3 8 ℃ であった。

【 0 0 4 4 】

( 2 - 2 ) 透明性

上記で得られた芳香族ポリカーボネート樹脂フィルムから、長さ 4 0 m m、幅 4 0 m m の試験片を切り出し、この試験片についてスガ試験機社製 ; H G M - 2 D P 型ヘイズメータにより、ヘイズ ( % ) を測定した。この結果、この芳香族ポリカーボネート樹脂フィルムのヘイズは、0 . 3 % であった。

【 0 0 4 5 】

( 2 - 3 ) リターデーション

上記で得られた芳香族ポリカーボネート樹脂フィルムから、長さ 4 0 m m、幅 4 0 m m の試験片を切り出し、この試験片について顕微偏光分光光度計を用いて、回転偏光子法 ( セモナルモン法 ) により、波長 5 1 5 n m での位相差を測定した。この結果、この芳香族ポリカーボネート樹脂フィルムのリターデーションは、4 n m であった。

【 0 0 4 6 】

( 2 - 4 ) 屈折率

上記で得られた芳香族ポリカーボネート樹脂フィルムから、長さ 2 0 m m、幅 1 0 m m の試験片を切り出し、この試験片についてアタゴ社製のアッベ屈折計により屈折率を測定した。この結果、この芳香族ポリカーボネート樹脂フィルムの屈折率は、1 . 5 8 4 であった。

【 0 0 4 7 】

## 〔実施例 2〕

## (1) 光学部品成形材料の製造

2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)アダマンタン 75 g を 2 規定濃度の水酸化カリウム水溶液 1, 360 ミリリットルに溶解した溶液に、溶媒の塩化メチレン 700 ミリリットルを加えて攪拌しながら、冷却下に、この液中にホスゲンガスを 950 ミリリットル/分の割合で 30 分間吹き込んだ。ついで、この反応液を静置分離し、有機層に重合度が 2~5 であり、分子末端にクロロホーマート基を有するオリゴマーの塩化メチレン溶液を得た。

## 【0048】

そして、得られた塩化メチレン溶液 110 ミリリットルに塩化メチレンを加えて全量を 150 ミリリットルとした後、これに、9, 9-ビス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)フルオレン 6 g を 2 規定濃度の水酸化カリウム水溶液 50 ミリリットルに溶解した溶液を加え、さらに分子量調節剤として p-tert-ブチルフェノール 0.2 g を加えた。ついで、この混合液を激しく攪拌しながら、触媒として 7% 濃度のトリエチルアミン水溶液 1.4 ミリリットルを加え、攪拌下に、25℃で 1.5 時間反応させた。

## 【0049】

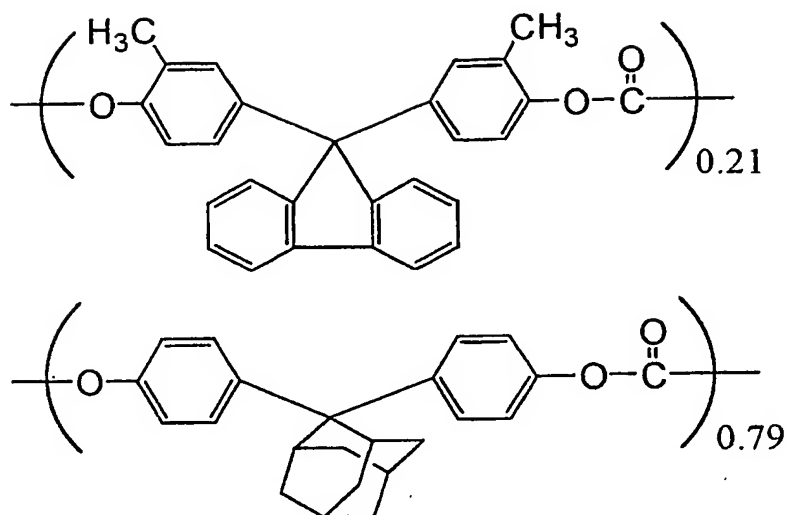
反応終了後、得られた反応生成物を塩化メチレン 0.5 リットルによって希釈し、水 0.5 リットルで 2 回洗浄した。ついで、0.01 規定濃度の塩酸により洗浄した後、さらに水 0.5 リットルで 2 回洗浄した。そして、得られた有機相をメタノール中に投入して再沈精製することにより、芳香族ポリカーボネート樹脂の粉末を得た。

## 【0050】

ここで得られた芳香族ポリカーボネート樹脂は、塩化メチレンを溶媒とする濃度 0.5 g/リットルの溶液の 20℃における還元粘度 [ $\eta_{sp}/c$ ] が 0.5 デシリットル/g であった。また、この芳香族ポリカーボネート樹脂について  $^1\text{H}$ -NMR スペクトル分析による構造確認の結果、その化学構造は下記の繰返し単位からなるものであると認められた。

## 【0051】

【化14】



【0052】

(2) 光学部品成形材料の評価

上記(1)において得られた芳香族ポリカーボネート樹脂につき、実施例1の(2)と同様にして、芳香族ポリカーボネート樹脂フィルムの評価をした。結果を第1表に示す。

【0053】

〔実施例3〕

1, 1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)シクロヘキサン170gを2規定濃度の水酸化カリウム水溶液1, 530ミリリットルに溶解した溶液に、溶媒の塩化メチレン900ミリリットルを加えて攪拌しながら、冷却下に、この液中にホスゲンガスを950ミリリットル/分の割合で30分間吹き込んだ。ついで、この反応液を静置分離し、有機層に重合度が2~5であり、分子末端にクロロホーメート基を有するオリゴマーの塩化メチレン溶液を得た。

【0054】

そして、得られた塩化メチレン溶液110ミリリットルに塩化メチレンを加えて全量を150ミリリットルとした後、これに、2, 2-ビス(3, 5-ジメチル-4-ヒドロキシフェニル)アダマンタン6gを2規定濃度の水酸化カリウム

水溶液 50 ミリリットルに溶解した溶液を加え、さらに分子量調節剤として *p*-tert-ブチルフェノール 0.2 g を加えた。ついで、この混合液を激しく攪拌しながら、触媒として 7% 濃度のトリエチルアミン水溶液 1.0 ミリリットルを加え、攪拌下に、25℃で 1.5 時間反応させた。

## 【0055】

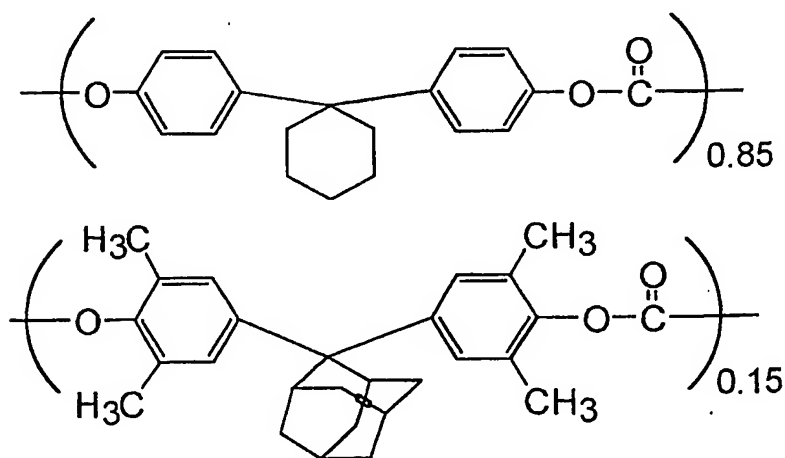
反応終了後、得られた反応生成物を塩化メチレン 0.5 リットルによって希釈し、水 0.5 リットルで 2 回洗浄した。ついで、0.01 規定濃度の塩酸により洗浄した後、さらに水 0.5 リットルで 2 回洗浄した。そして、得られた有機相をメタノール中に投入して再沈精製することにより、芳香族ポリカーボネート樹脂の粉末を得た。

## 【0056】

ここで得られた芳香族ポリカーボネート樹脂は、塩化メチレンを溶媒とする濃度 0.5 g/リットルの溶液の 20℃における還元粘度  $[\eta_{sp}/c]$  が 0.4 デシリットル/g であった。また、この芳香族ポリカーボネート樹脂について  $^1\text{H}$ -NMR スペクトル分析による構造確認の結果、その化学構造は下記の繰返し単位からなるものであると認められた。

## 【0057】

## 【化 15】



## 【0058】

## (2) 光学部品成形材料の評価

上記(1)において得られた芳香族ポリカーボネート樹脂につき、実施例1の(2)と同様にして、芳香族ポリカーボネート樹脂フィルムの評価をした。結果を第1表に示す。

【0059】

〔比較例1〕

原料として2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパンを用いて、公知に界面重合法により製造した芳香族ポリカーボネート樹脂〔還元粘度〔 $\eta_{sp}/c$ 〕 $\approx 0.5$ デシリットル/g〕を用いた他は、実施例1と同様のキャスト法によるフィルムを得た。ここで得られた芳香族ポリカーボネート樹脂につき、実施例1の(2)と同様にして、芳香族ポリカーボネート樹脂フィルムの評価をした。結果を第1表に示す。

【0060】

【表1】

第1表

	厚み (mm)	ガラス転移温度 (°C)	リデーション (nm)	ヘイズ (%)	屈折率
実施例1	0.1	238	4	0.3	1.584
実施例2	0.1	282	3	0.2	1.590
実施例3	0.1	207	5	0.2	1.578
比較例1	0.1	145	11	0.3	1.585

【0061】

【発明の効果】

本発明によれば、光学的特性と、高い耐熱性および機械的強度に優れた光学部品成形材料とそれを成形してなる光学部品を提供することができる。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 外部応力による破損のおそれが少なく、かつ光学的特性や耐熱性、成形加工性に優れた材料とそれを成形してなる光学部品を提供する。

【解決手段】 2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)アダマンタンまたはその誘導体の残基に由来する繰返し単位を有する芳香族ポリカーボネート樹脂あるいは芳香族ポリカーボネート共重合樹脂からなる光学部品成形材料と、その材料を成形してなる光学部品。

【選択図】 なし

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2002-030247
受付番号	50200164789
書類名	特許願
担当官	第六担当上席 0095
作成日	平成14年 2月 8日

<認定情報・付加情報>  
【提出日】

平成14年 2月 7日

次頁無



出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[000183646]

1. 変更年月日

1990年 8月 8日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都千代田区丸の内3丁目1番1号

氏 名

出光興産株式会社